

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-142812

(43)Date of publication of application : 11.06.1993

(51)Int.Cl.

G03G 5/05  
G03G 5/047

(21)Application number : 03-328117

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 16.11.1991

(72)Inventor : MISHIMA MASAYUKI  
YAMAZAKI HARUMASA  
SAKUMA TADASHI

## (54) ELECTROPHOTOGRAPHIC SENSITIVE BODY

### (57)Abstract:

PURPOSE: To provide high sensitivity and high durability by containing a specific compound with properties as an acceptor in an electric charge generating layer.

CONSTITUTION: In a photosensitive body composed of a conductive carrier and a charge generating layer and a charge transporting layer formed thereon, as a

compound with properties as an acceptor, a benzene tetracarboxylic acid diimide compound expressed by the formula is contained in the charge generating layer.

In the formula, R represents an alkyl group, aralkyl group, and aryl group with 8 or less carbon number; R', R'' an alkylene group with 8 or less carbon number, Rc cycloalkylene group, allylene group; A1, A2 an hydrogen atom, alkyl group with 4 or less carbon number, nitro group, cyano group, carboxylic acid ester group, halogen atom; (k), (m), (n) and 0 or 1 integer. With this structure, the photosensitive body can have excellent properties of an acceptor and high sensitivity and stability of the photosensitive body is further improved.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-142812

(43)公開日 平成5年(1993)6月11日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>G 0 3 G 5/05  
5/047

識別記号

1 0 4 B

庁内整理番号

8305-2H  
8305-2H

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1(全 17 頁)

(21)出願番号

特願平3-328117

(22)出願日

平成3年(1991)11月16日

(71)出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72)発明者 三島 雅之

和歌山県和歌山市西浜1450

(72)発明者 山崎 晴正

和歌山県和歌山市松ヶ丘1丁目7-19

(72)発明者 佐久間 正

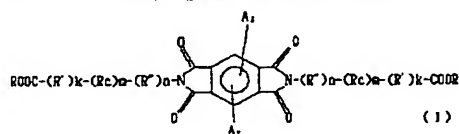
和歌山県和歌山市築港3丁目26-2

(74)代理人 弁理士 細田 芳徳

(54)【発明の名称】 電子写真感光体

(57)【要約】 (修正有)

【構成】導電性支持体とその上に設けられた電荷発生層及び電荷輸送層を必須の構成要素とする電子写真感光体において、一般式(1)で示されるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物を電荷発生層に含む。



(式中、Rは炭素数8以下のアルキル基、アラルキル基などを、R'、R''は同一もしくは相異なる炭素数8以下のアルキレン基を、Rcは炭素数8以下のシクロアルキレン基又はアリーレン基を示す。A1、A2は同一もしくは相異なる水素原子、炭素数4以下のアルキル基、ニトロ基などを示す。k、m、nは同一もしくは相異なって0または1の整数を示す(但し、k、m、nがすべて0になることはない)。)

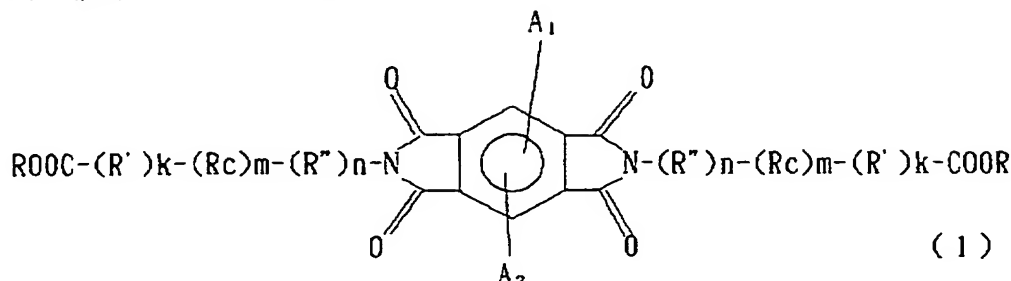
【効果】電荷発生層中に安定性等に優れたアクセプター性化合物を含有させることにより、感度、耐久性を改良し、高感度、高耐久性の電子写真感光体を得ることがで

きる。また安全性にも優れるため実用化の妨げとなることもない。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 導電性支持体とその上に設けられた電荷発生層及び電荷輸送層を必須の構成要素とする電子写真感光体において、一般式(1)で示されるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物を電荷発生層に含むことを特徴とする電子写真感光体。

【化1】



(式中、Rは炭素数8以下のアルキル基、アラルキル基又はアリール基を、R'、R''は同一もしくは相異なる炭素数8以下のアルキレン基を、Rcは炭素数8以下のシクロアルキレン基又はアリーレン基を示す。A1、A2は同一もしくは相異なる水素原子、炭素数4以下のアルキル基、ニトロ基、シアノ基、カルボン酸エステル基、またはハロゲン原子を示す。k、m、nは同一もしくは相異なって0または1の整数を示す(但し、k、m、nがすべて0になることはない。))

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は電子写真感光体に関し、更に詳しくはベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物を電荷発生層に含む高感度、高耐久性の電子写真感光体に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】近年、電子写真方式を用いた複写機、プリンターの発展はめざましく、用途に応じて様々な形態、種類、機能の機種が開発され、それに対応して用いられる感光体も多種多様なものが開発されつつある。

【0003】従来、電子写真感光体としては、その感度、耐久性の面から硫化カドミウム、セレン合金等の無機化合物が主として用いられてきた。しかしながらこれらは有害物質を使用している場合が多く公害をもたらす原因となる。また、感度が良好なセレン合金を用いる場合、蒸着法等により導電性支持体上に薄膜を形成する必要がある、生産性が劣り、コストアップの原因となる。

【0004】一方、有機感光体は、焼却が可能であり、無公害の利点を有し、更に多くのものは塗工により薄膜形成が可能で大量生産が容易である。それ故にコストが大幅に低減でき、また用途に応じて様々な形状に加工することができるという長所を有している。

【0005】この有機感光体は、種々のタイプが存在するが、導電性支持体上にアゾ化合物やフタロシアニン化合物等の電荷発生材を分散した電荷発生層を設け、更にその上にヒドラゾン化合物、トリアリールアミン化合物、スチルベン化合物等に代表される正孔輸送材を含む電荷輸送層を設けた機能分離型が、現在主流となっている。

る。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このような有機感光体は前記のような長所を有する反面、以下のような原因により、感度および耐久性に問題が残されている。有機感光体の感度が低い原因の一つとして、アゾ化合物、フタロシアニン化合物、多環キノン化合物、ペリレン化合物等の電荷発生材の電荷発生効率の低さが挙げられる。この電荷発生効率は無機化合物では、ほぼ100%であるのに対して、有機化合物では30~40%である。このため電荷発生効率を向上させる目的で様々な試みが行なわれている。その一つとしてアクセプター性化合物の電荷発生層への添加が挙げられ、例えばジメチルテレフタレート、ベンゾキノン化合物、トリニトロフルオレノン等の添加が試みられている(電子写真学会誌、24巻、1号、2頁(1985年))。しかしこれらにより、いずれも電荷発生効率の向上はみられるものの、その安全性、安定性、相溶性の問題があり、得られる感光体の特性が不安定になるため、満足するものは得られていない。

【0007】一方、有機感光体の耐久性が悪い原因としては、用いられている電荷発生材や電荷輸送材等の材料の劣化のみならず、繰り返し使用による空間電荷の蓄積が重要な因子であると考えられている。この空間電荷の蓄積により、残留電位の上昇、初期電位の低下等が引き起こされ、それが画像濃度の低下、文字のかすれ、コントラストの低下の原因となる。中でも特に電荷発生層内の負電荷の蓄積が、感光体疲労の重要な因子と考えられ、それを除去する方法としてアクセプター性化合物の添加が提案されている(例えば電子写真学会誌、30巻、1号、2頁(1991年))。アクセプター性化合物としては、前述の感度向上に用いられるものと同じものが使用できるが、この場合も前記と同様の問題が生じることとなる。以上のように有機感光体の高感度化、高耐久性化には多くの問題が残されており、これらを改良した高性能感光体が当該技術分野で強く要請されているのが実情である。

【0008】本発明の目的はまさにこの点にあり、かか

る課題を解決するものとして、優れたアクセプター性化合物を電荷発生層に含む高感度、高耐久性の電子写真感光体を提供することにある。

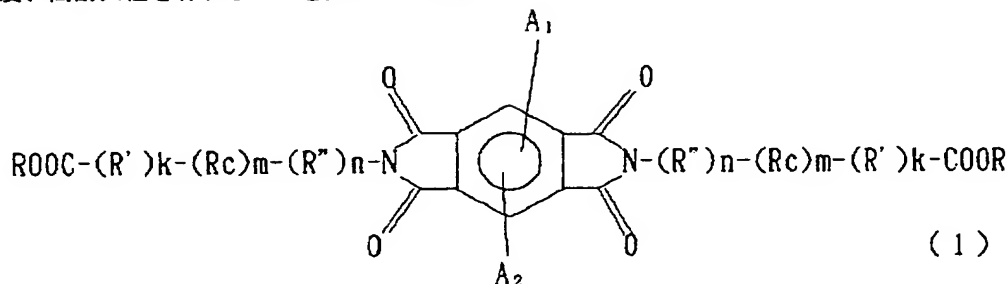
【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意検討した結果、アクセプター性化合物として後記一般式(1)で示されるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物を電荷発生層中に含む電子写真感光体が、高感度、高耐久性を有することを見出し、本発

明を完成するに至った。即ち、本発明の要旨は、導電性支持体とその上に設けられた電荷発生層及び電荷輸送層を必須の構成要素とする電子写真感光体において、一般式(1)で示されるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物を電荷発生層に含むことを特徴とする電子写真感光体に関する。

【0010】

【化2】



【0011】(式中、Rは炭素数8以下のアルキル基、アラルキル基又はアリール基を、R'、R''は同一もしくは相異なる炭素数8以下のアルキレン基を、Rcは炭素数8以下のシクロアルキレン基又はアリーレン基を示す。A1、A2は同一もしくは相異なる水素原子、炭素数4以下のアルキル基、ニトロ基、シアノ基、カルボン酸エステル基、またはハロゲン原子を示す。k、m、nは同一もしくは相異なって0または1の整数を示す(但し、k、m、nがすべて0になることはない)。)

【0012】一般式(1)においてRは、炭素数8以下のアルキル基、アラルキル基またはアリール基を示し、アルキル基としては、直鎖状または分岐状のいずれでもよく、例えばメチル、エチル、n-プロピル、i-プロピル、n-ブチル、i-ブチル、sec-ブチル、n-ペンチル、i-ペンチル、ネオペンチル、n-ヘキシル、n-ヘプチル、n-オクチル等を挙げることができ、好ましくはメチル、エチル、n-ブチル、i-ブチル、sec-ブチル、n-ヘキシル等である。アラルキル基としてはアリール基部分が無置換もしくはアルキル基等で置換されたフェニル基等が挙げられ、アルキレン基部分としては炭素数1~3のものが挙げられ、好ましくはメチレン、エチレン等である。このようなアラルキル基としては、具体的には例えばベンジル基、フェニルエチル基等を挙げることができる。アリール基としては無置換もしくはアルキル基等で置換されたフェニル基、ナフチル基、アントラニル基等をあげることができる。

【0013】一般式(1)においてR'、R''は、同一もしくは相異なる炭素数8以下の直鎖もしくは分岐のアルキレン基を示し、例えばメチレン、エチレン、n-プロピレン、i-プロピレン、n-ブチレン、sec-ブチレン、t-ブチレン、n-ペンチレン、i-ペンチレン、ネオペンチレン、n-ヘキシレン、n-オクチレン

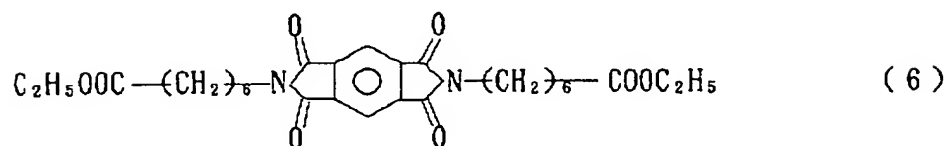
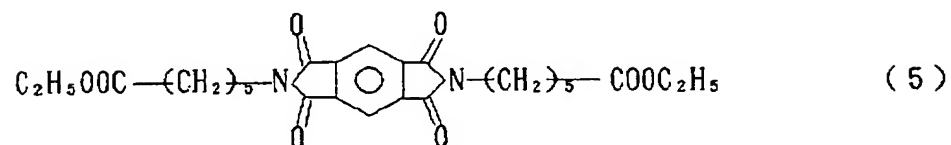
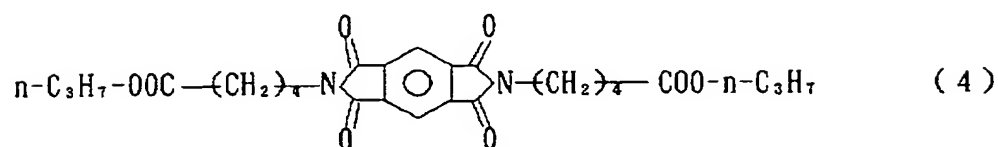
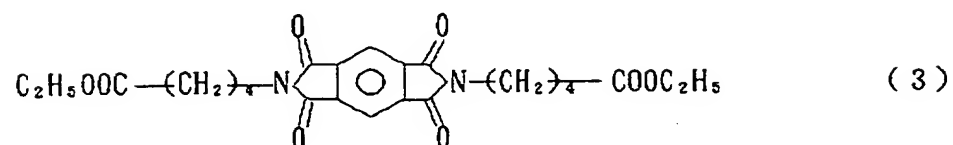
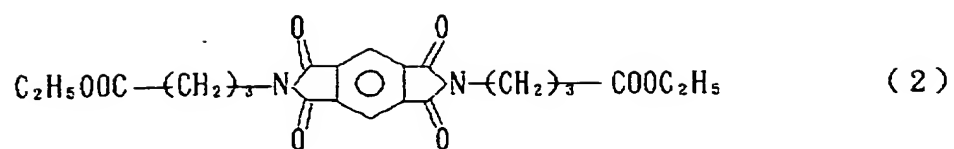
等を挙げることができ、好ましくはメチレン、エチレン等である。一般式(1)においてRcは、炭素数8以下のシクロアルキレン基又はアリーレン基を示し、シクロアルキレン基としては、例えば、シクロブチレン、シクロペンチレン、シクロヘキシレン、シクロヘプチレン、シクロオクチレン等をあげることができ、好ましくはシクロヘキシレン等である。又、アリーレン基としては無置換、もしくはアルキル基等で置換されたフェニレン基、ナフチレン基、アントラニレン基等を挙げることが出来、好ましくはフェニレン基等である。

【0014】一般式(1)においてA1、A2は、同一もしくは相異なる水素原子、炭素数4以下のアルキル基、ニトロ基、シアノ基、カルボン酸エステル基、ハロゲン原子を示し、好ましくはアルキル基、ニトロ基、ハロゲン原子等である。ここで、炭素数4以下のアルキル基としては、直鎖状または分岐状のいずれでもよく、例えばメチル、エチル、n-プロピル、i-プロピル、n-ブチル、i-ブチル、sec-ブチル等を挙げることができ、好ましくはメチル、エチル等である。カルボン酸エステル基としては、エチルカルボキシレート、n-ブチルカルボキシレート等をあげることができる。ハロゲン原子としては塩素原子、フッ素原子、臭素原子等を挙げることができる。また、k、m、nは同一もしくは相異なって0または1の整数を示すが、k、m、nがすべて0になることはない。

【0015】本発明の感光体に用いられる一般式(1)で示されるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物の代表的な具体例としては、次のようなもの(例示化合物(2)~(40))が挙げられるが、本発明はこれらに限定されるものではない。

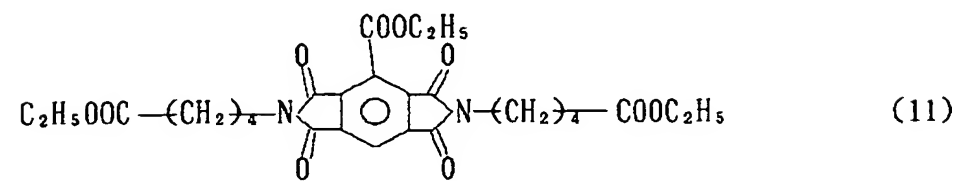
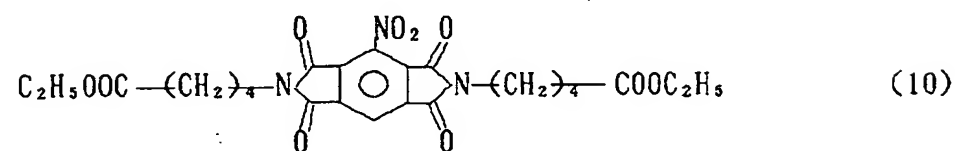
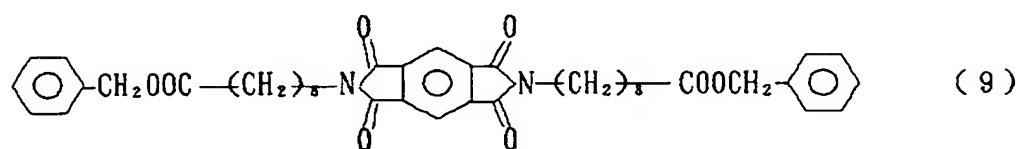
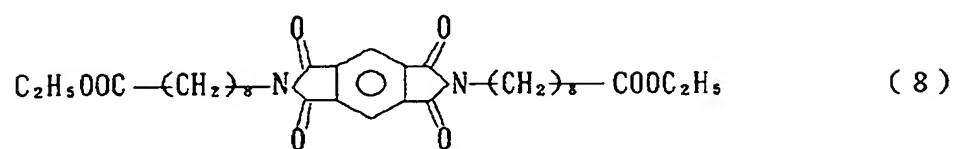
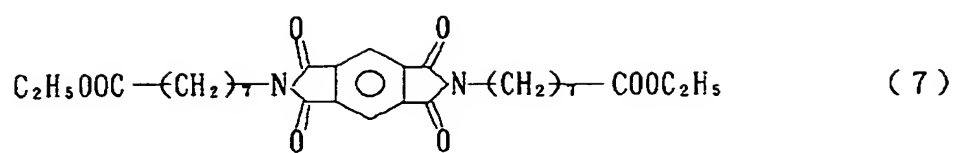
【0016】

【化3】



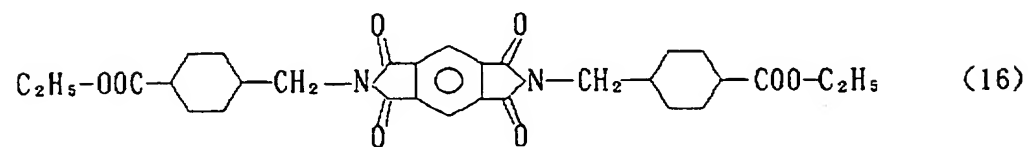
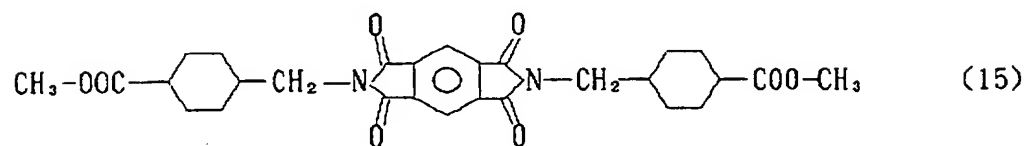
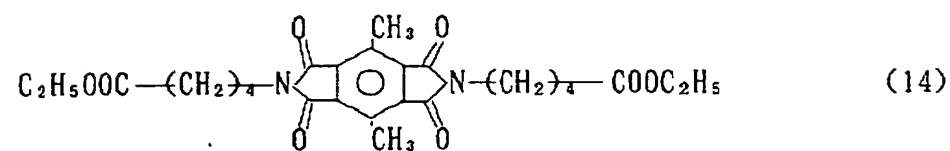
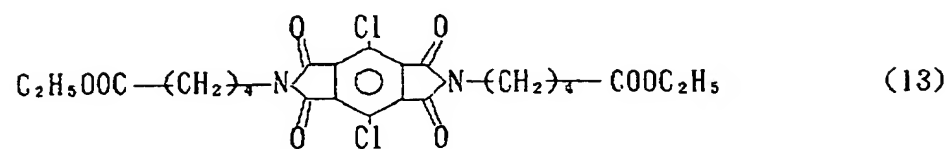
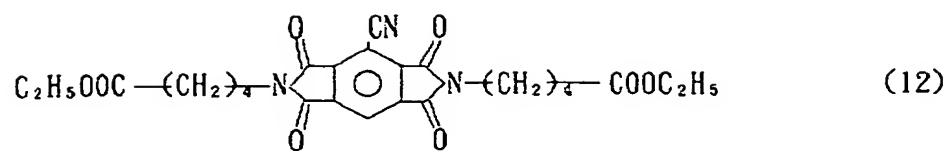
【0017】

【化4】



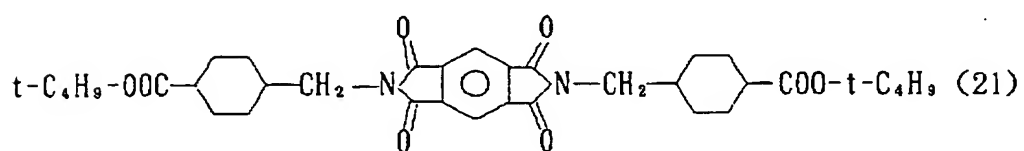
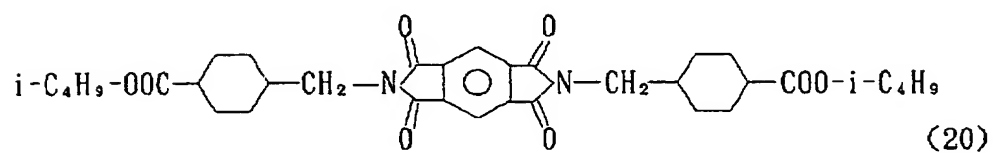
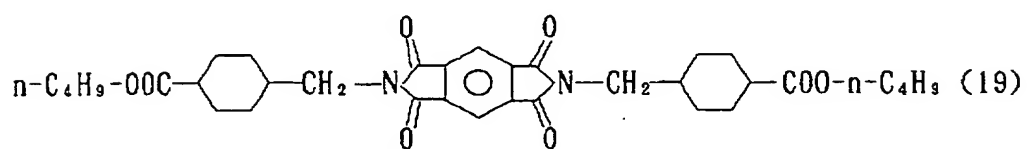
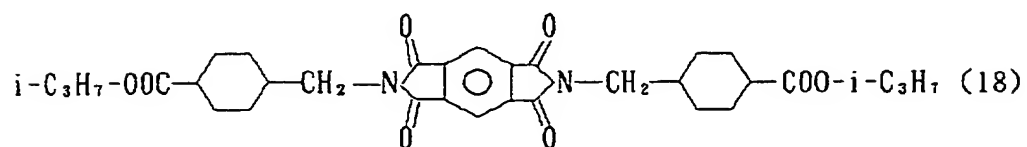
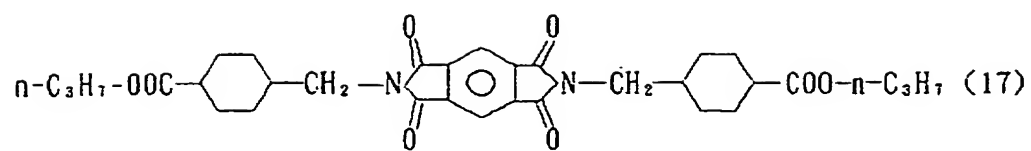
【0018】

【化5】



【0019】

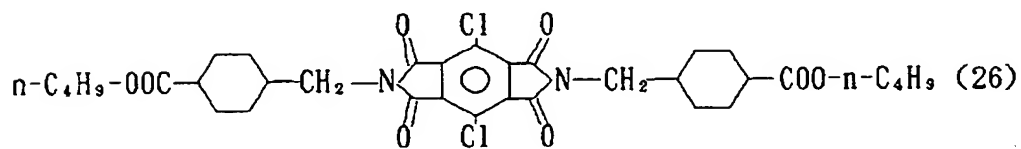
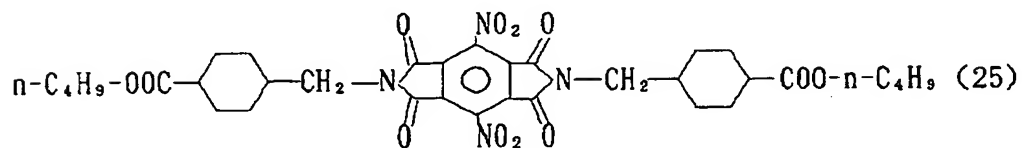
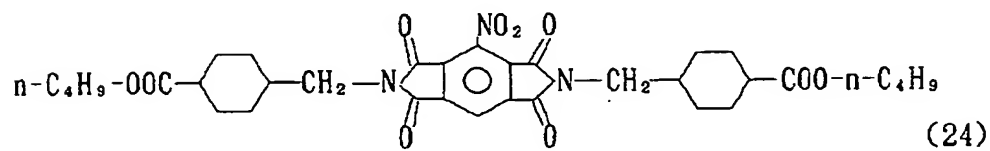
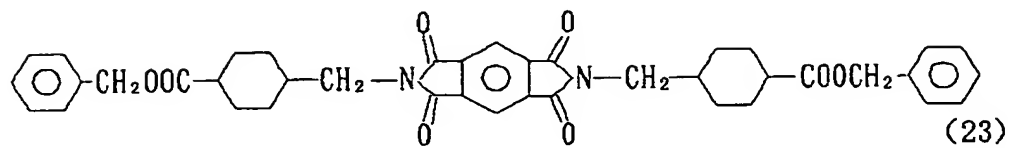
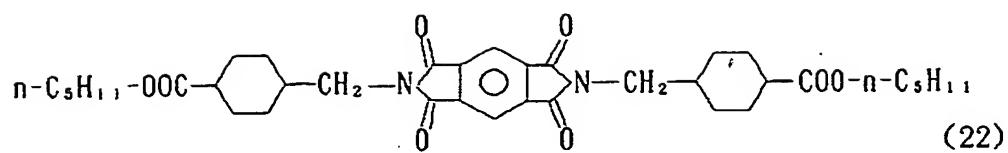
【化6】



【0020】

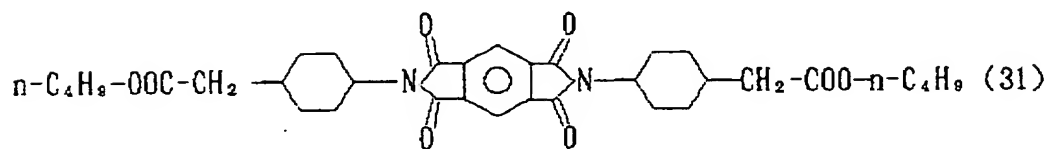
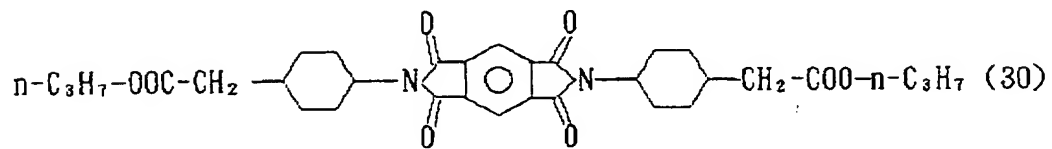
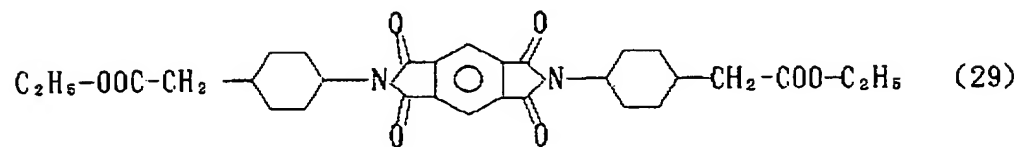
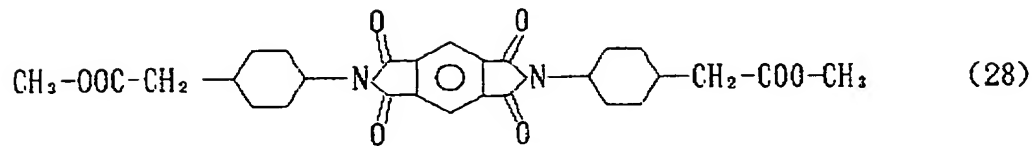
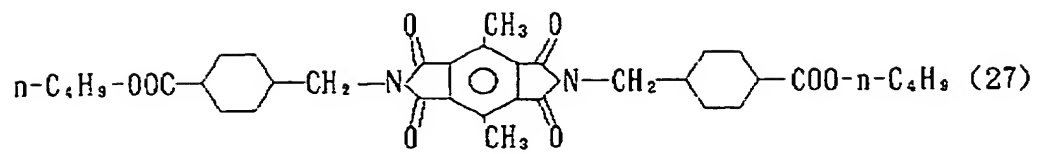
【化7】





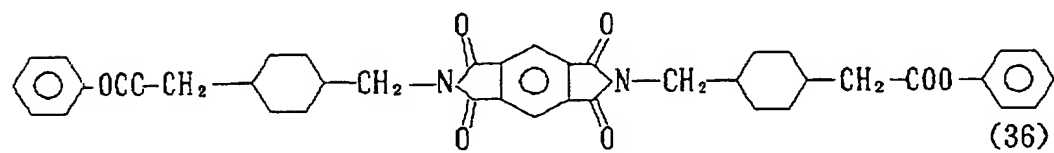
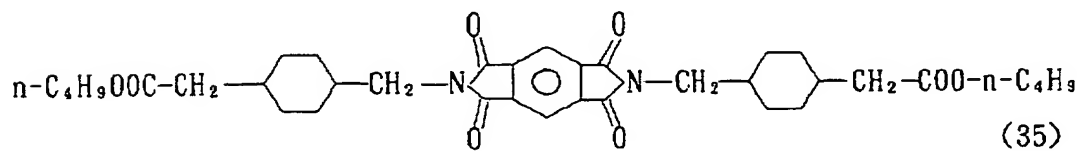
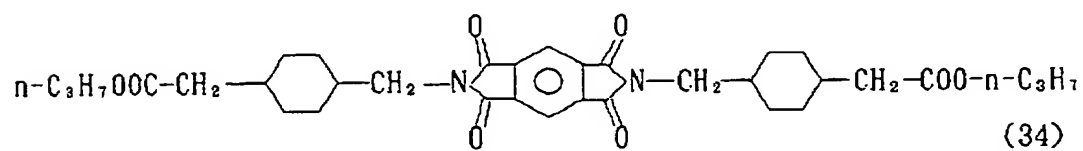
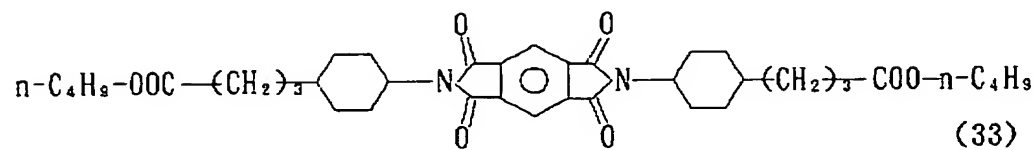
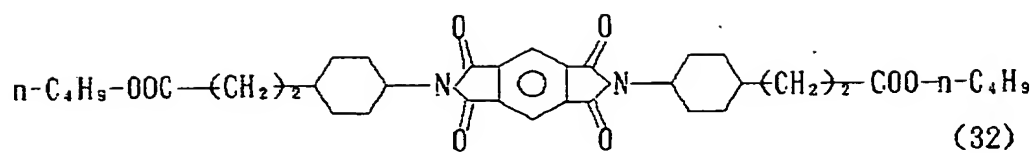
【0021】

【化8】



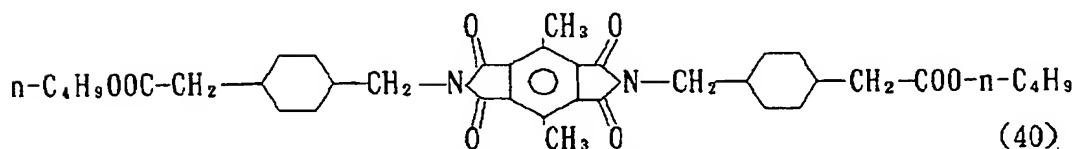
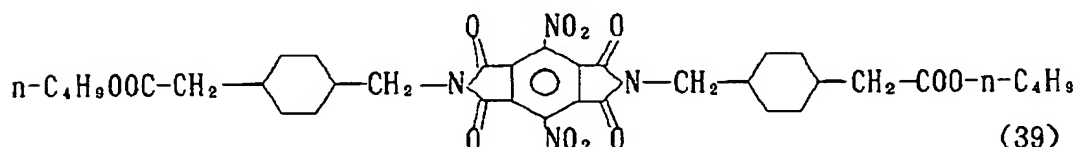
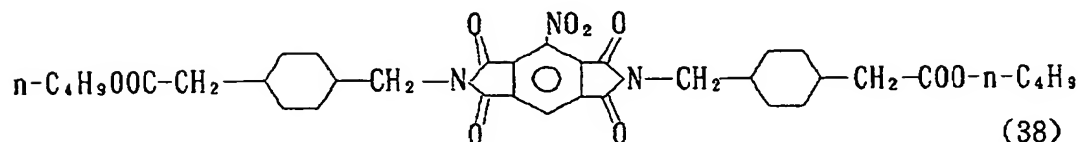
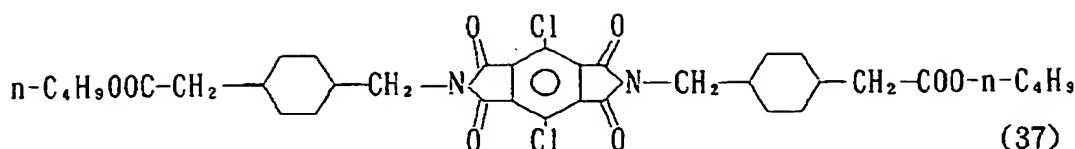
【0022】

【化9】

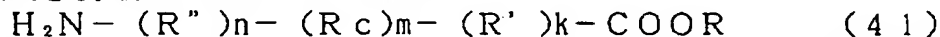


【0023】

【化10】



【0024】本発明に用いられる一般式(1)で示されるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物の合成法は、特に限定されるものではないが、通常のカルボン酸イミドを合成する際に用いられている公知の方法に準じて合成することができる。例えば一般式(41)で示さ



【0026】(式中、R, R', R'', Rc, k, m, nは式(1)と同じ内容を表わす)また別の方法としては、まず一般式(42)で示されるω-アミノ酸とベンゼンテトラカルボン酸二無水物とを縮合せしめ、その後



【0028】(式中、R', R'', Rc, k, m, nは式(1)と同じ内容を表わす)

【0029】かくして製造される一般式(1)で示されるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物のN置換アルキル基の末端にはカルボン酸エステル基が置換されている。このような構造にすることにより、高アクセプター性を示すことができ感光体の高感度化が可能となる。またそればかりでなく、光導電性化合物として従来から知られている電子供与性基を有するベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物(例えばドイツ特許第2112141号)や、フルオレン系アクセプターに比べて格

れるω-アミノ酸エステルとベンゼンテトラカルボン酸二無水物とを縮合することにより得ることができる。

【0025】

【化11】

にエステル化することにより高収率で目的化合物を得ることができる。

【0027】

【化12】

段にその安定性を増すことができ、更に溶剤、結着剤との相溶性を大幅に改善することが可能となる。また結晶性もほとんどなく、常温でアモルファス状態を維持し使用中の劣化も認められない。

【0030】本発明に用いられる一般式(1)で示されるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物は、多くの溶剤に可溶であり、溶剤としては例えばベンゼン、トルエン、キシレン、テトラリン、クロロベンゼン等の芳香族系溶剤；ジクロロメタン、クロロホルム、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、四塩化炭素等のハロゲン系溶剤；酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸プロピル、

ギ酸メチル、ギ酸エチル等のエステル系溶剤；アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン系溶剤；ジエチルエーテル、ジプロピルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル系溶剤；メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等のアルコール系溶剤；ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド等があげられる。このように多くの溶剤に可溶であるため、大量生産が容易である塗工法により感光体を作製することができる。

【0031】 以上のような性能から一般式(1)で示されるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物は、アクセプター性化合物として本発明の電子写真感光体の電荷発生層に好適に用いることができる。本発明の電子写真感光体を作製するにあたっては、例えば、導電性支持体上に電荷発生層及び電荷輸送層を薄膜状に形成せしめる。導電性支持体の基材としては、アルミニウム、ニッケル等の金属、金属蒸着高分子フィルム、金属ラミネート高分子フィルム等を用いることができ、ドラム状、シート状、またはベルト状等の形態で導電性支持体を形成する。

【0032】 本発明において電荷発生層は、電荷発生材、前記の一般式(1)で示されるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物、及び必要に応じて結合剤、添加剤よりなり、塗工法等の方法で作製することができる。塗工法では主に、溶剤に対し電荷発生材を分散させ、また一般式(1)で示されるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物及び結合剤を溶解させ分散液を作製し、それを導電性支持体上に塗布し乾燥させ、電荷発生層を形成せしめる。

【0033】 電荷発生材としては、特に限定されることはなく、照射される特定の波長の光を吸収し、効率よく電荷を発生するものならいずれも好適に使用することができる。有機電荷発生材としては、例えばペリレン顔料、多環キノン顔料、無金属フタロシアニン顔料、金属フタロシアニン顔料、ビスアゾ顔料、トリスアゾ顔料、チアピリリウム塩、スクエアリウム塩、アズレニウム顔料等が挙げられる。この電荷発生材の使用量は、乾燥電荷発生層重量に対して通常20～80重量%、好ましくは30～70重量%になるように調整する。20重量%より小さいと感光体の感度が低下し、また80重量%より大きいと帯電性が低下する。

【0034】 本発明において、一般式(1)で示されるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物は、単独でもしくは2種以上のものを混合して用いることができ、また通常知られているトリニトロフルオレノン、ジフェノキノン等の他のアクセプター化合物を同時に用いることができる。この一般式(1)で示される化合物の使用量は電荷発生材に対して0.001～80重量%であり、好ましくは0.01～60重量%である。0.001重量%より少ないと、高感度化、高耐久性化の効果が十分

でなく、また80重量%より多い場合には電荷発生材濃度が低下し、感度の低下を招く。

【0035】 必要に応じて用いられる結合剤は、特に限定されることはなく、例えば、ポリカーボネート、ポリアリレート、ポリエステル、ポリアミド等の縮合系重合体；ポリエチレン、ポリスチレン、スチレン-アクリル共重合体、ポリアクリレート、ポリメタクリレート、ポリビニルブチラール、ポリビニルホルマール、ポリアクリロニトリル、ポリアクリルアミド、アクリロニトリル-ブタジエン共重合体、ポリ塩化ビニル、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体等の付加重合体；ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、シリコン樹脂等が適宜用いられ、単独でもしくは2種以上のものを混合して用いることができる。ここで結合剤の使用量は電荷発生材に対して0.1～3重量%であり、好ましくは0.1～2重量%である。0.1重量%より小さいと感光体の帯電性が低下し、3重量%より大きいと感度が低下する。

【0036】 用いられる溶剤としては、特に限定されることなく、例えばベンゼン、トルエン、キシレン、テトラリン、クロロベンゼン等の芳香族系溶剤；ジクロロメタン、クロロホルム、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、四塩化炭素等のハロゲン系溶剤；酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸プロピル、ギ酸メチル、ギ酸エチル等のエステル系溶剤；アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン系溶剤；ジエチルエーテル、ジプロピルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル系溶剤；メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、*n*-ブタノール等のアルコール系溶剤；ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド等が挙げられ、これらを単独でまたは2種以上混合して用いてもよい。

【0037】 また必要に応じて用いられる添加剤としては、酸化防止剤、消光剤、分散剤、接着補助剤、増感剤等を挙げることができる。

【0038】 電荷発生層の塗工手段は特に限定されることはなく、例えば、ディップコーター、バーコーター、カレンダーコーター、グラビアコーター、スピンコーター等を適宜使用することができ、また、電着塗工、スプレー塗工等も可能である。この様にして形成された電荷発生層の膜厚は、0.1～2.0 $\mu$ mが好ましく、更に好ましくは0.1～1.0 $\mu$ mである。0.1 $\mu$ mより薄い感光体の感度が低下し、2.0 $\mu$ mより厚いと帯電性が低下する。

【0039】 本発明において電荷輸送層は、該電荷発生層の上部に薄膜状に形成される。薄膜形成方法としては主に塗工法が用いられ、正孔輸送性化合物(電荷輸送材)をそれぞれ必要に応じて用いられる結合剤および添加剤と共に溶剤に溶解し、電荷発生層上に塗工せしめ、その後乾燥せしめればよい。

【0040】 用いられる電荷輸送材は、特に限定される

ことなく、例えばヒドラゾン化合物、スチルベン化合物、トリアリールアミン化合物、ピラゾリン化合物、オキサジアゾール化合物、オキサゾール化合物、ポリビニルカルバゾール化合物、トリフェニルメタン化合物等いずれも好適に使用することができる。

【0041】用いられる溶剤としては、上記の電荷輸送材及び必要に応じて用いられる結合剤が溶解し、かつ電荷発生層が溶解しない溶剤なら特に限定されることはない。必要に応じて用いられる結合剤は、電荷発生層に用いられるものと同様のものをを用いることができる。結合剤の使用量は電荷輸送材に対して0.1～3重量比であり、好ましくは0.1～2重量比である。結合剤の使用量が3重量比よりも大であると、電荷輸送層における電荷輸送材の濃度が小さくなり感度が悪くなる。また0.1重量比よりも小さいと結合剤としての効果を発揮しないようになる。

【0042】また必要に応じて用いられる添加剤としては酸化防止剤、消光剤、分散剤、接着補助剤、増感剤等を挙げることができる。電荷輸送層の塗工手段は、電荷発生層の時と同様の方法をとることができる。このようにして形成された電荷輸送層の膜厚は、10～50 $\mu$ mであり更に好ましくは10～30 $\mu$ mである。膜厚が50 $\mu$ mよりも大であると電荷の輸送に時間を要するようになり感度低下の原因となる。一方10 $\mu$ mより小であると機械的強度が低下し、感光体の寿命が短いものとなり好ましくない。

【0043】以上のごとくにして一般式(1)で示されるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物を電荷発生層に含む電子写真感光体を作製することができるが、本発明では更に導電性支持体と電荷発生層の間に必要に応じて下引き層、接着層、バリヤー層等を設けることもでき、また電荷輸送層の上にオーバーコート層等を設けることもできる。

【0044】こうして得られた電子写真感光体の使用に際しては、まず感光体表面をコロナ帯電器等により負に帯電せしめる。帯電後、露光することにより電荷発生層内で電荷が発生し、正電荷が電荷輸送層内に注入され、これが電荷輸送層中を通過して表面にまで輸送され、表面の負電荷が中和される。また電荷発生層中で発生した負電荷は導電性支持体まで輸送され正電荷を中和する。一方、露光されなかった部分には負電荷が残ることになる。正規現象の場合には、正トナーが用いられ、この負電荷が残った部分にトナーが付着し現像される。反転現像の場合には、負トナーが用いられ、電荷が中和された

部分にトナーが付着し現像されることとなる。本発明における電子写真感光体は、いずれの現像方法においても使用可能であり、高画質を与えることができる。

#### 【0045】

【実施例】以下、実施例、比較例により本発明を具体的に例示するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0046】合成例(ベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物：例示化合物(19)) 攪拌装置、冷却管を備え付けた500ml-3つ口フラスコにベンゼンテトラカルボン酸二無水物4g(18.6mmol)、p-(アミノメチル)シクロヘキサノカルボン酸7g(44.8mmol)、ジメチルホルムアミド(DMF)300mlを入れ還流を15時間行った。この熱DMF溶液を濾過し、濾液を室温にまで冷却した。1日放置後沈殿した結晶を濾過し、水で2回、メタノールで2回洗浄し乾燥した。以上のようにして末端がカルボン酸のジイミド化合物を7.9g(収率85%)得た。

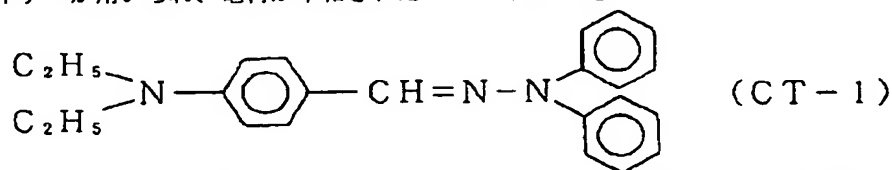
【0047】次に該結晶を攪拌装置、冷却管を備え付けた500ml-3つ口フラスコに入れ、そこへn-ブタノール300ml、濃硫酸1mlを入れ還流を8時間行なった。その後室温で1日放置し生じた淡赤色結晶を濾過した。該結晶をn-ブタノールで1回、メタノールで2回洗浄し、乾燥することにより目的化合物であるベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物(例示化合物(19))を9.5g(収率95%)得た。

#### 【0048】実施例1

X型無金属フタロシアニン5g、合成例で得られたベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物(例示化合物(19))を1g、ブチラール樹脂(エスレックBM-2、積水化学(株)製)5gをシクロヘキサノン90mlに溶解し、ボールミル中で24時間混練した。得られた分散液をアルミ板上にバーコーターにて乾燥後の膜厚が0.15 $\mu$ mになるように塗布し、乾燥させ電荷発生層を形成した。次に以下に示すジエチルアミノベンズアルデヒドジフェニルヒドラゾン(電荷輸送材：CT-1)を5g、ポリカーボネート樹脂(レキサン131-111、エンジニアリングプラスチック(株)製)5gをジクロロエタン90mlに溶解し、これをさきに形成した電荷発生層上にブレードコーターにて乾燥後の膜厚が25 $\mu$ mになるように塗布して乾燥させ、電荷輸送層を形成した。

#### 【0049】

#### 【化13】



【0050】このようにして作製した電子写真感光体を

(株)川口電機製作所製、静電複写紙試験装置EPA-

8100を用いて、 $-5.5\text{ kV}$ のコロナ電圧で帯電させたところ初期表面電位 $V_0$ は $-830\text{ V}$ であった。暗所にて2秒放置後の表面電位 $V_2$ は $-810\text{ V}$ となった。ついで発振波長 $780\text{ nm}$ の半導体レーザーを照射し、半減露光量 $E_{1/2}$ を求めたところ、 $0.29\text{ }\mu\text{ J/cm}^2$ であり、残留電位 $V_R$ は $-4.8\text{ V}$ であった。次に、5000回上記操作を繰り返した後、 $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ を測定したところ、それぞれ $-820\text{ V}$ 、 $-800\text{ V}$ 、 $0.30\text{ }\mu\text{ J/cm}^2$ 、 $-8.7\text{ V}$ であった。このように感光体の性能はほとんど衰えておらず、高感度、高耐久性を示すものであった。

#### 【0051】比較例1

実施例1において、ベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物を含まない電荷発生層を設ける以外は実施例1と同様にして感光体を作製し、性能評価を行った。その結

表 1

果、初期の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ は、それぞれ $-810\text{ V}$ 、 $-780\text{ V}$ 、 $0.62\text{ }\mu\text{ J/cm}^2$ 、 $-35\text{ V}$ であった。次に、5000回上記操作を繰り返した後、 $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ を測定したところ、それぞれ $-780\text{ V}$ 、 $-760\text{ V}$ 、 $0.78\text{ }\mu\text{ J/cm}^2$ 、 $-78.5\text{ V}$ であり、感度、耐久性ともに劣るものであった。

#### 【0052】実施例2～8

ベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物として、それぞれ表1に示した例示化合物を用いる以外は実施例1と同様にして感光体を作製し、性能評価を行なった。その結果を表1に示したが、実施例1の結果と同様に、高感度、高耐久性を示すものであった。

#### 【0053】

##### 【表1】

	アクセター 性化合物	感光体特性				
			$V_0$ (V)	$V_2$ (V)	$E_{1/2}$ ( $\mu\text{ J/cm}^2$ )	$V_R$ (V)
実施例2	(4)	初 回	-820	-800	0.26	-4.0
		5000回後	-810	-790	0.27	-6.8
実施例3	(14)	初 回	-830	-810	0.26	-3.2
		5000回後	-820	-800	0.27	-6.5
実施例4	(16)	初 回	-820	-810	0.28	-4.0
		5000回後	-820	-800	0.29	-10.8
実施例5	(21)	初 回	-820	-810	0.27	-2.6
		5000回後	-810	-790	0.28	-6.9
実施例6	(28)	初 回	-830	-800	0.26	-1.1
		5000回後	-830	-790	0.26	-4.0
実施例7	(31)	初 回	-810	-790	0.27	-4.4
		5000回後	-800	-780	0.27	-7.3
実施例8	(37)	初 回	-820	-810	0.28	-5.5
		5000回後	-820	-800	0.29	-11.2

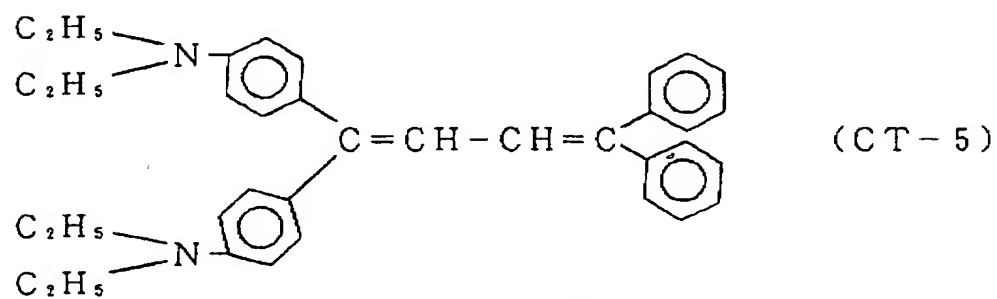
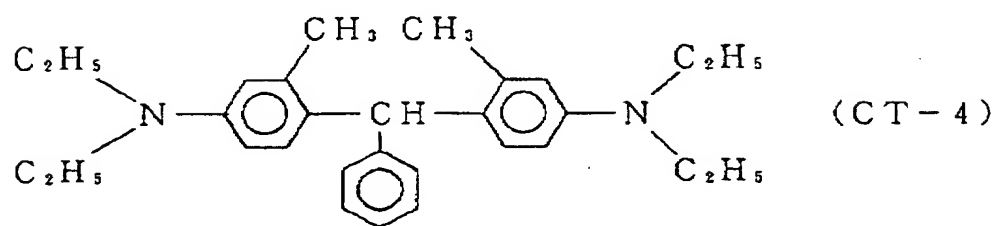
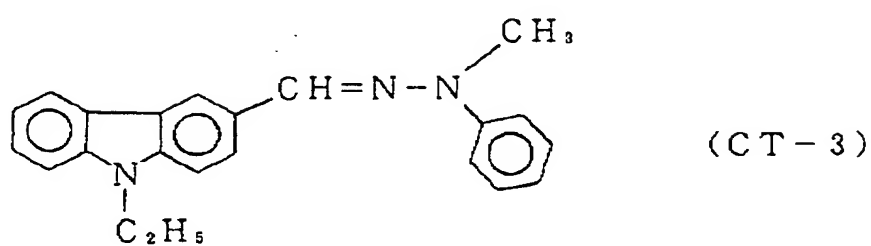
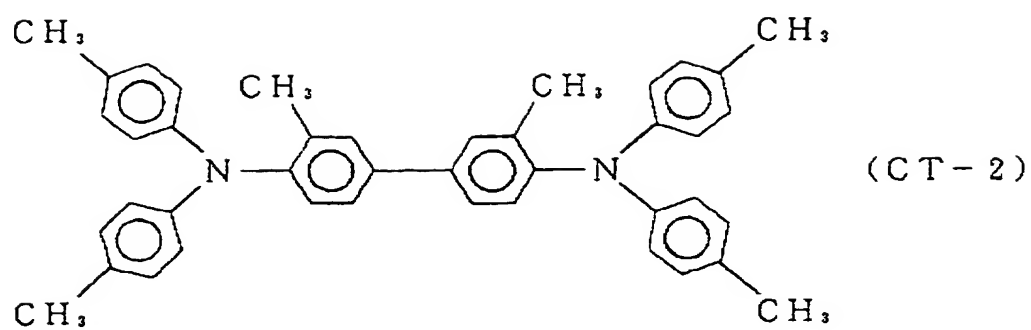
#### 【0054】実施例9～12

電荷輸送材として、それぞれ以下に示した化合物中、表2に示した番号に対応するものを用いる以外は実施例1と同様にして感光体を作製し、性能評価を行なった。そ

の結果を表2に示したが、実施例1の結果と同様に、高感度、高耐久性を示すものであった。

#### 【0055】

##### 【化14】



【0056】

【表2】



表 2

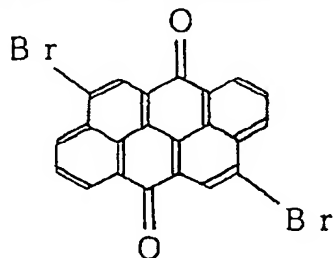
	電荷輸送材		感 光 体 特 性			
			$V_0$ (V)	$V_2$ (V)	$E_{1/2}$ ( $\mu J/cm^2$ )	$V_R$ (V)
実施例 9	(CT-2)	初 回	-780	-770	0.26	- 4.7
		5000回後	-780	-760	0.27	- 5.1
比較例 2		初 回	-830	-820	0.42	-15.5
		5000回後	-820	-800	0.51	-43.0
実施例10	(CT-3)	初 回	-770	-750	0.25	- 0.3
		5000回後	-760	-740	0.26	- 3.8
比較例 3		初 回	-840	-830	0.55	-39.2
		5000回後	-840	-810	0.61	-77.8
実施例11	(CT-4)	初 回	-820	-810	0.29	- 4.2
		5000回後	-820	-800	0.30	-14.2
比較例 4		初 回	-830	-800	0.51	-14.3
		5000回後	-830	-770	0.66	-43.8
実施例12	(CT-5)	初 回	-800	-770	0.26	- 4.8
		5000回後	-770	-750	0.26	- 5.2
比較例 5		初 回	-870	-860	0.81	-51.3
		5000回後	-880	-860	0.93	-131.9

## 【0057】比較例2～5

実施例9～12において、ベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物を含まない電荷発生層を設ける以外は全く同様にして感光体を作製し、性能評価を行った。その結果を表2に示したが、いずれも感度、耐久性ともに劣るものであった。

## 【0058】実施例13

実施例1において、X型無金属フタロシアニンのかわり



(43)

【0060】その結果、初期の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-820V、-810V、1.2lux・

に式(43)で示されるジプロモアンスアンスロンを用いる以外はまったく同様にして感光体を作製し、また、照射光源として半導体レーザーのかわりに照度5luxのハロゲンランプを用いる以外は全く同様にして性能評価を行なった。

## 【0059】

## 【化15】

sec、-3.5Vであった。次に5000回操作を繰り返した後、 $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ を測定したとこ

ろ、それぞれ $-810\text{V}$ 、 $-800\text{V}$ 、 $1.3\text{lux}\cdot\text{sec}$ 、 $-6.1\text{V}$ であり、感度、耐久性ともに優れたものであった。

【0061】比較例6

実施例13において、ベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物を含まない電荷発生層を設ける以外は全く同様にして感光体を作製し、性能評価を行った。その結果、初期の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ は、それぞれ $-810\text{V}$ 、 $-800\text{V}$ 、 $2.4\text{lux}\cdot\text{sec}$ 、 $-47.0\text{V}$ であった。次に、5000回上記操作を繰り返した後、 $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ を測定したところ、各々 $-7$

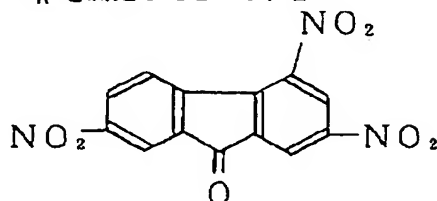
$80\text{V}$ 、 $-760\text{V}$ 、 $4.1\text{lux}\cdot\text{sec}$ 、 $-127.7\text{V}$ であり、感度、耐久性ともに劣るものであった。

【0062】比較例7

実施例1において、ベンゼンテトラカルボン酸ジイミド化合物のかわりに式(44)で示されるトリニトロフルオレノンを用いる以外は実施例1と同様にして感光体を作製し、性能評価を行った。

【0063】

【化16】



(44)

【0064】その結果、初期の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ は、それぞれ $-800\text{V}$ 、 $-780\text{V}$ 、 $0.32\mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、 $-6.2\text{V}$ であった。次に、5000回上記操作を繰り返した後、 $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ を測定したところ、それぞれ $-620\text{V}$ 、 $-530\text{V}$ 、 $0.71\mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、 $-37.7\text{V}$ であり、耐久性に劣るものであった。

【0065】以上の結果が示すように、実施例1～13の電子写真感光体は、いずれも電荷発生層中に安定性等に優れたアクセプター性化合物を含むため、感度、耐久性ともに優れていた。これに対し比較例1～6のように

電荷発生層中にアクセプター性化合物を含まない場合や比較例7のように電荷発生層中に本発明とは異なるアクセプター性化合物を含む場合は、感度、耐久性ともに劣るものであった。

【0066】

【発明の効果】本発明では、電荷発生層中に安定性等に優れたアクセプター性化合物を含有させることにより、従来の有機感光体の問題点であった感度、耐久性を改良し、簡易な方法で高感度、高耐久性の電子写真感光体を得ることができる。また該化合物は安全性にも優れるため実用化の妨げとなることもない。